

## Méthode analytique

# Détermination des acides inorganiques volatils (HCl, HBr et HNO<sub>3</sub>) par chromatographie ionique

### Responsable technique de la méthode

Sébastien Gagné, M. Sc., Chimiste toxicologue

### Personne ayant contribué à la présente version de cette méthode

Brigitte Blanchette, technicienne de laboratoire

MÉTHODES DE  
LABORATOIRES

MA-211



#### Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document. En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information. Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle. Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

Cette publication est disponible en version PDF sur le site Web de l'IRSST.

#### Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2021  
ISBN : 978-2-89797-195-3

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 2 - Date de diffusion: 2021-12-03

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 2 - Date de diffusion: 2021-12-03

SUBSTANCES	CAS	NORMES <sup>1</sup> (VEMP <sup>2</sup> )	NORMES <sup>1</sup> (VECD <sup>3</sup> /PLAFOND)
Chlorure d'hydrogène	7647-01-0	---	P2
Bromure d'hydrogène	10035-10-6	---	P2
Acide nitrique	7697-37-2	5,2 mg.m <sup>-3</sup>	10 mg.m <sup>-3</sup>

<sup>1</sup> Règlement sur la santé et la sécurité du travail

<sup>2</sup> VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

<sup>3</sup> VECD (Valeur d'exposition courte durée)

P2 : valeur plafond de 2 ppm

## APPLICABILITÉ

Acides inorganiques volatils tel que le chlorure d'hydrogène, le bromure d'hydrogène et l'acide nitrique dans l'air. Les vapeurs d'acide sont collectées par un filtre imprégné et les particules et brouillards sont collectés par un pré-filtre non-imprégné supportés dans une cassette. L'analyse est effectuée sur l'anion correspondant à l'acide inorganique : l'ion chlorure pour le chlorure d'hydrogène, l'ion bromure pour le bromure d'hydrogène et l'ion nitrate pour l'acide nitrique.

**Domaine :** Le domaine d'étalonnage analytique se situe de 8 à 80 µg/échantillon. Le domaine en fonction de la norme se situe comme suit : Chlorure : 8 à 170 µg/échantillon; Bromure : 8 à 400 µg/échantillon; Nitrate : 8 à 2400 µg/échantillon.

**Remarque :** Ces valeurs tiennent compte d'un volume d'échantillonnage recommandé de 240 litres, d'une mise en solution dans un volume de 20 mL et d'une dilution 1/2 de l'échantillon.

**Coefficient de détermination (r<sup>2</sup>)** >0,990

## LIMITATIONS ET INTERFÉRENCES

Tous les ions chlorures, bromures et nitrates ne provenant pas de l'acide peuvent causer une interférence positive. De plus, les acides inorganiques peuvent réagir avec des matières particulaires co-échantillonnées sur le pré-filtre. Par exemple, l'oxyde de zinc mène à des résultats plus bas pour le chlorure d'hydrogène (Méthode NIOSH 7907).

## PRÉLÈVEMENT

### 1) Système d'échantillonnage

<b>Support</b>	Pré-filtre de quartz 37 mm suivi d'un filtre de quartz 37 mm imprégné de Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
<b>Type de dispositif</b>	Cassette avec un espaceur de filtre inerte

**Consigne** : Trois échantillons-témoin contenant un filtre imprégné provenant du même lot doit être prévu.

### 2) Conditions de prélèvement recommandées

**Débit** : 2 L.min<sup>-1</sup>

**Temps d'échantillonnage** : 120 min (VEMP) et 15 min (VECD)

**Volume d'échantillonnage** : 30 ou 240 litres (L) (VECD/VEMP)

### 3) Durée de conservation testée et validée

28 jours au frigo, sinon une semaine à température pièce

### 4) Entreposage des filtres imprégnés

14 jours au dessiccateur ou

2 mois à ~ 4°C

### 5) Détails

Retirer les bouchons de la cassette et relier la partie inférieure (bouchon rouge) à l'aide d'un tube flexible à la pompe.

Procéder à l'échantillonnage selon le débit et la durée recommandés.

Après l'échantillonnage, inverser et replacer les bouchons sur la cassette et bien emballer pour l'expédition.

Pour plus d'information sur l'échantillonnage, se référer au *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* <sup>1</sup>

## RÉACTIFS ET ÉTALONS

- Carbonate de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)
- Bicarbonate de sodium (NaHCO<sub>3</sub>)
- Solution multiple d'anions à 1000 ppm. (Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>)
- Solution multiple d'anions à 200 ppm. (Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>, SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>)
- Solutions d'anions multiple à 400 ppm (Cl<sup>-</sup>), 1000 ppm (Br<sup>-</sup>) et 1200 ppm (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)
- Eau type 1

## APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Chromatographe ionique Thermo Dionex ICS-Integriion avec un détecteur à conductivité
- Générateur d'éluant avec cartouche de carbonate de potassium.
- Suppresseur : ASRS-300, 4 mm de Dionex, utilisé en mode d'auto régénération.
- Colonne chromatographique : AS22 FAST de Thermo.
- Pré-colonne : AG22
- Vials Dionex de 5 mL avec bouchon ayant un filtre intégré de 20 µm, utilisés sur échantillonneur automatique.
- Bain à ultrasons.
- Filtres de quartz 37 mm.
- Jarres de polypropylène (1 oz, 43 mm)
- Tubes vissés polypropylène 25 mL
- Seringues polypropylène de 20 mL
- Filtres PVDF Millex HV (33 mm)
- Pipettes automatiques, volumes variés
- Verrerie en nalgène non-décontaminée et lavée

### Commentaires :

Une colonne chromatographique et un chromatographe équivalents peuvent être utilisés. Des ajustements chromatographiques peuvent être nécessaires.

## PRÉPARATION DE L'ANALYSE

Nombre d'étapes de préparation : 8

Étape 1	Transférer le filtre non-imprégné dans une jarre de polypropylène de 30 mL
Étape 2	Rincer la partie supérieure de la cassette avec 2 fois 2,5 mL d'eau type 1 et ajouter 15 mL d'eau à la jarre contenant le filtre non-imprégné
Étape 3	Transférer le filtre imprégné dans une jarre de polypropylène de 30 mL
Étape 4	Ajouter 20 mL d'eau type 1 à la jarre contenant le filtre imprégné.
Étape 5	Pour tous les échantillons, traiter au bain à ultrasons pendant 30 minutes.
Étape 6	Pour tous les échantillons, refroidir et agiter légèrement la jarre. Filtrer la solution contenant le filtre à l'aide d'une seringue filtrante en pressant fermement le tout dans un tube vissable de 20mL.
Étape 7	Préparer une dilution 1/2 avec de l'eau type 1 pour tous les échantillons ayant le filtre imprégné
Étape 8	Analyser par chromatographie ionique

**Commentaires :**

Tous les échantillons de contrôle de qualité (CQ) sont traités selon la même procédure que les autres échantillons. Préparer trois témoins pour estimer le niveau de contamination lié au filtre et à l'imprégnation. Les filtres doivent avoir été sur le terrain, mais ne doivent pas avoir servi à l'échantillonnage.

**CONDITIONS ANALYTIQUES**

<b>Technique analytique</b>	: Chromatographie ionique avec détection par conductimétrie
<b>Colonne</b>	: AS22 FAST de Thermo
<b>Suppresseur</b>	: ASRS-300, 4 mm de Dionex, utilisé en mode d'auto régénération
<b>Échantillonneur</b>	: AS-DV
<b>Générateur d'éluant</b>	: Avec cartouche de carbonate de potassium
<b>Débit de l'éluant</b>	: 1,2 mL/min
<b>Auto-régénérant</b>	: Eau type 1
<b>Conc. Carbonate/Bicarbonate</b>	: 1,5 / 0,5 (mM)
<b>Courant suppresseur</b>	: 14 mA
<b>Pression pompe</b>	: env. 2500 psi
<b>Volume d'injection</b>	: 50 µL
<b>Bruit de fond</b>	: env. 12,7 µS
<b>Température colonne</b>	: 30 °C
<b>Température cellule</b>	: 35 °C

**ÉTALONNAGE**

La concentration de l'échantillon est déterminée par une équation de type linéaire avec décalage.

**Commentaires :**

La concentration des anions déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'étalonnage de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration des anions dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée du domaine d'étalonnage, une dilution manuelle appropriée de l'échantillon avec de l'eau type 1 est effectuée, puis l'analyse est reprise de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs.

## CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

La concentration des anions dans l'air se calcule comme suit :

$$C = ((Q_i - B_i) + (Q_{n.i.} - B_{n.i.})) \times F / V$$

- où
- C = concentration de l'acide dans l'air (mg/m<sup>3</sup>)
  - Q<sub>i</sub> = quantité de l'anion dans l'échantillon (µg) : filtre imprégné
  - B<sub>i</sub> = quantité de l'anion dans la moyenne de 3 blancs de filtre imprégné (µg)
  - Q<sub>n.i.</sub> = quantité de l'anion dans l'échantillon (µg) : filtre non-imprégné
  - B<sub>n.i.</sub> = quantité de l'anion de filtre non-imprégné (µg)
  - F = facteur de correction pour rendre le résultat en concentration d'acide, alors que l'analyse est effectuée sur l'anion :
    - HCl : 1,0284
    - HBr : 1,0125
    - HNO<sub>3</sub> : 1,0163
  - V = volume d'échantillonnage (L)

### Commentaires :

Sans objet.

## VALIDATION

*Remarque : Ces données de validation représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs à jour de certaines données, consulter le site Web de l'IRSST.*

### Limite de détection et Limite de quantification (vapeur/particule)

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION (µg/échantillon)	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg/échantillon)
Chlorure d'hydrogène	0,49/0,63	1,6/2,1
Bromure d'hydrogène	0,17/0,088	0,55/0,29
Acide nitrique	0,14/0,38	0,48/1,3

### Précision (Fidélité) - (vapeur/particule)

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Chlorure d'hydrogène	0,93/3,5	1,4/0,94
Bromure d'hydrogène	0,79/0,36	0,99/0,84
Acide nitrique	1,7/1,4	2,5/2,5

**Justesse (vapeur/particule)**

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
Chlorure d'hydrogène	95/99
Bromure d'hydrogène	95/97
Acide nitrique	97/100

**Récupération (vapeur/particule)**

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
Chlorure d'hydrogène	93/103
Bromure d'hydrogène	95/102
Acide nitrique	96/97

**Incertitude analytique**

Remarque : Ces données représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs d'incertitude analytique à jour, consulter le site Web de l'IRSST.

L'incertitude de mesure analytique (CV<sub>a</sub>) de la méthode est déterminée à partir de résultats individuels obtenus sur des échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Celle-ci ne tient pas compte d'un seuil de probabilité (95 %, par exemple) ni de la contribution de l'incertitude associée à l'échantillonnage.

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	CV <sub>a</sub> vapeur (%)	CV <sub>a</sub> particule (%)	CV <sub>a</sub> total (%)
Chlorure d'hydrogène	2,4	12,7	12,9
Bromure d'hydrogène	2,6	1,0	2,8
Acide nitrique	5,1	5,1	6,5

Pour information supplémentaire sur la détermination des incertitudes, se référer au [Document explicatif pour éléments de validation de méthodes, I-G-041](#), de la Direction des Laboratoires de l'IRSST.

**RÉFÉRENCES**

1. Institut de recherche en santé et sécurité au travail (IRSST). « Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail », *Études et recherches*, Guide technique T-06, 8<sup>e</sup> édition (mise à jour 8.1), 2012, 191 p.  
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
2. *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*, c. S-2.1, r. 13.
3. National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH), *Volatils Acids by Ion Chromatography (Hydrogen chloride, Hydrogen bromide, Nitric acid) – Method 7907*, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, Cincinnati, OH, USA, 2014.  
<https://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7907.pdf>